

10/523974

DTG Rec'd PCT/PTO 08 FEB 2005

DOCKET NO.: 265523US2PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Haruhiko FURUYA, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP04/01125

INTERNATIONAL FILING DATE: February 4, 2004

FOR: SEMICONDUCTOR PROCESSING METHOD AND APPARATUS FOR PROCESSING  
TARGET SUBSTRATE

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that  
the applicant claims as priority:

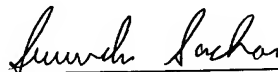
**COUNTRY**  
Japan

**APPLICATION NO**  
2003-031504

**DAY/MONTH/YEAR**  
07 February 2003

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the  
International Bureau in PCT Application No. PCT/JP04/01125.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Marvin J. Spivak  
Attorney of Record  
Registration No. 24,913  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)

**BEST AVAILABLE COPY**

Rec'd PCT/PTO 08 FEB 2005 #2

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

04.2.2004

PCT/JP2004/001125

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 2月 7日  
Date of Application:

REC'D 27 FEB 2004

WIPO PCT

出願番号 特願2003-031504  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2003-031504]

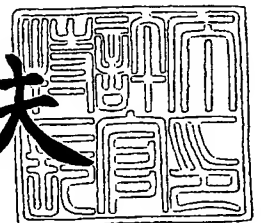
出願人 東京エレクトロン株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 1月 5日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2003-3108432

【書類名】 特許願

【整理番号】 JPP031007

【提出日】 平成15年 2月 7日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01L 21/205

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター  
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 古屋 治彦

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター  
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 両角 友一朗

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター  
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 池川 寛晃

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター  
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 平山 誠

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター  
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 伊藤 勇一

【特許出願人】

【識別番号】 000219967

【氏名又は名称】 東京エレクトロン株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100095407

【弁理士】

【氏名又は名称】 木村 満

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 038380

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9718281

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 薄膜形成装置の温度制御方法及び薄膜形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

被処理体を収容する反応室内を所定の温度に加熱し、該加熱した反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成する薄膜形成装置の温度制御方法であつて、

前記被処理体に熱反射性を有する材料からなる薄膜が形成され、

前記薄膜の形成により装置内部に付着した付着物を、前記熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質する改質工程を備える、ことを特徴とする薄膜形成装置の温度制御方法。

【請求項 2】

前記改質工程では、前記装置内部に付着した付着物の色を白色または透明に変色させる、ことを特徴とする請求項 1 に記載の薄膜形成装置の温度制御方法。

【請求項 3】

前記改質工程では、前記装置内部に付着した付着物を酸化させる、ことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の薄膜形成装置の温度制御方法。

【請求項 4】

前記改質工程では、前記反応室内を所定の温度に加熱し、該加熱した反応室内に前記装置内部に付着した付着物を酸化可能な酸化ガスを供給して、前記装置内部に付着した付着物を酸化させる、ことを特徴とする請求項 3 に記載の薄膜形成装置の温度制御方法。

【請求項 5】

前記酸化ガスに酸素またはオゾンを用いる、ことを特徴とする請求項 4 に記載の薄膜形成装置の温度制御方法。

【請求項 6】

前記処理ガスにアンモニアと四塩化チタンとを用い、前記被処理体に窒化チタン膜を形成する、ことを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置の温度制御方法。

**【請求項 7】**

被処理体を収容する反応室内を所定の温度に加熱し、所定の温度に加熱した反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成する成膜工程と、

請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項に記載の改質工程と、  
を備える、ことを特徴とする薄膜形成方法。

**【請求項 8】**

前記成膜工程を所定回数実行した後に前記改質工程を実行する、ことを特徴とする請求項 6 に記載の薄膜形成方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、薄膜形成装置の温度制御方法及び薄膜形成方法に関し、詳しくは、被処理体、例えば、半導体ウエハに薄膜を形成することにより装置内部に付着物が付着した状態での反応室内の温度を安定に制御できる薄膜形成装置の温度制御方法、及びこの方法を用いた薄膜形成方法に関する。

**【0002】****【従来の技術】**

半導体装置の製造工程では、CVD (Chemical Vapor Deposition) 等の処理により、被処理体、例えば、半導体ウエハに薄膜を形成する薄膜形成処理が行われている。このような薄膜形成処理では、例えば、図 7 に示すような熱処理装置 51 を用い、以下のようにして半導体ウエハに薄膜が形成される。

**【0003】**

まず、内管 52a 及び外管 52b からなる二重管構造の反応管 52 内をヒータ 53 により所定の温度に加熱する。また、複数枚の半導体ウエハ 54 を収容したウエハポート 55 を反応管 52 (内管 52a) 内にロードする。次に、排気ポート 56 から反応管 52 内のガスを排気し、反応管 52 内を所定の圧力に減圧する。反応管 52 内が所定の圧力に減圧されると、ガス導入管 57 から内管 52a 内に処理ガスを供給する。内管 52a 内に処理ガスが供給されると、処理ガスが熱反応を起こし、熱反応により生成された反応生成物が半導体ウエハ 54 の表面に

堆積して、半導体ウエハ 54 の表面に薄膜が形成される。

#### 【0004】

また、薄膜形成処理によって発生する排ガスは、排気ポート 56 に接続された排気管 58 から熱処理装置 51 の外部に排気される。なお、排気管 58 には、図示しないトラップ、スクラバー等が介設されており、トラップ等により排ガスに含まれる反応生成物等を取り除いて無害化した後、熱処理装置 51 外に排気するように構成されている。

#### 【0005】

ところで、薄膜形成処理によって生成される反応生成物は、半導体ウエハ 54 の表面だけでなく、例えば、内管 52a の内壁等の熱処理装置 51 の内部にも堆積（付着）してしまう。この反応生成物が熱処理装置 51 内に付着した状態で薄膜形成処理を引き続き行くと、やがて、反応生成物が剥離してパーティクルを発生しやすくなる。そして、このパーティクルが半導体ウエハ 54 に付着すると、製造される半導体装置の歩留りを低下させてしまう。

#### 【0006】

このため、このような装置では、パーティクルが発生しない程度の回数だけ薄膜形成処理を行った後、ヒータ 53 により熱処理装置 51 内を所定の温度に加熱し、加熱した熱処理装置 51 内にクリーニングガスを供給して、熱処理装置 51 内に付着した反応生成物を除去（エッチング）するクリーニング処理を行い、熱処理装置 51 を洗浄している。

#### 【0007】

##### 【発明が解決しようとする課題】

ところで、半導体ウエハ 54 に熱反射性を有する材料からなる薄膜、例えば、窒化チタン膜を形成する場合、熱処理装置 51 の内部に付着物としての窒化チタンが付着すると、熱処理装置 51 内を均一な温度に制御することが困難になる。これは、熱処理装置 51 のように半導体ウエハ 54 を間接的に加熱する間接加熱では、熱処理装置 51 の内部、すなわち、ヒータ 53 と半導体ウエハ 54 との間に付着した窒化チタンの熱反射性により、熱処理装置 51 内の温度にバラツキが生じてしまうためである。

## 【0008】

このように熱処理装置 51 内の温度にバラツキが生じると、半導体ウエハ 54 に形成する窒化チタン膜を精度よく形成することができず、成膜再現性が低下してしまう。一方、頻繁にクリーニング処理を行って窒化チタンを除去すれば、成膜再現性の低下を防止することは可能であるが、これでは、生産性が低下してしまう。

## 【0009】

本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、装置内部に付着物が付着しても装置内を均一な温度に制御することができる薄膜形成装置の温度制御方法を提供することを目的とする。

また、本発明は、生産性を低下させることなく、成膜再現性の低下を防止することができる薄膜形成方法を提供することを目的とする。

## 【0010】

## 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、この発明の第 1 の観点にかかる薄膜形成装置の温度制御方法は、

被処理体を収容する反応室内を所定の温度に加熱し、該加熱した反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成する薄膜形成装置の温度制御方法であって、

前記被処理体に熱反射性を有する材料からなる薄膜が形成され、

前記薄膜の形成により装置内部に付着した付着物を、前記熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質する改質工程を備える、ことを特徴とする。

## 【0011】

この構成によれば、装置内部に付着した付着物が熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質される。このため、装置内部に付着物が付着した状態で反応室内を所定の温度に加熱しても、反応室内の温度にバラツキが生じなくなる。従って、装置内部に付着物が付着しても装置内を均一な温度に制御することができる。



## 【0012】

前記改質工程では、前記装置内部に付着した付着物の色を白色または透明に変色させることが好ましい。反応室内という所定の領域を加熱する間接加熱においては、例えば、材料の色が白色や透明に近づくことにより熱反射性を有しなくなるためである。

## 【0013】

前記改質工程では、前記装置内部に付着した付着物を酸化させることが好ましい。付着物を酸化させることにより、付着物の色が白色または透明に変色するとともに、装置内部に付着していても薄膜の形成に悪影響を与えにくいためである。

## 【0014】

前記改質工程では、例えば、前記反応室内を所定の温度に加熱し、該加熱した反応室内に前記装置内部に付着した付着物を酸化可能な酸化ガスを供給して、前記装置内部に付着した付着物を酸化させる。

## 【0015】

前記酸化ガスとしては、例えば、酸素やオゾンがある。また、前記処理ガスとしては、アンモニアと四塩化チタンとがあり、この場合、前記被処理体に窒化チタン膜が形成される。

## 【0016】

上記目的を達成するため、この発明の第2の観点にかかる薄膜形成方法は、被処理体を収容する反応室内を所定の温度に加熱し、所定の温度に加熱した反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成する成膜工程と、第1の観点にかかる薄膜形成装置の温度制御方法の改質工程と、を備える、ことを特徴とする。

## 【0017】

この構成によれば、所定の温度に加熱した反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜が形成される。そして、薄膜の形成により装置内部に付着した付着物が熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質される。このため、装置内部に付着物が付着した状態で反応室内を所定の温度に加熱しても、反応室

内の温度にバラツキが生じなく、装置内を均一な温度に制御することができる。  
従って、パーティクルが発生しない程度の回数だけ薄膜を形成することができ、  
生産性を低下させることなく、成膜再現性の低下を防止することができる。

#### 【0018】

前記成膜工程を所定回数実行した後に前記改質工程を実行することが好ましい。  
この場合、生産性をさらに向上することができる。

#### 【0019】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態にかかる薄膜形成装置の温度制御方法及び薄膜形成方法について、図1に示すバッチ式縦型熱処理装置1の場合を例に説明する。まず、本実施の形態に用いられる熱処理装置1について説明する。

#### 【0020】

図1に示すように、熱処理装置1は、長手方向が垂直方向に向けられた略円筒状の反応管2を備えている。反応管2は、内管3と、内管3を覆うとともに内管3と一定の間隔を有するように形成された有天井の外管4とから構成された二重管構造を有する。内管3及び外管4は、耐熱材料、例えば、石英により形成されている。

#### 【0021】

外管4の下方には、筒状に形成されたステンレス鋼（SUS）からなるマニホールド5が配置されている。マニホールド5は、外管4の下端と気密に接続されている。また、内管3は、マニホールド5の内壁から突出するとともに、マニホールド5と一体に形成された支持リング6に支持されている。

#### 【0022】

マニホールド5の下方には蓋体7が配置され、ポートエレベータ8により蓋体7は上下動可能に構成されている。そして、ポートエレベータ8により蓋体7が上昇すると、マニホールド5の下方側が閉鎖される。

#### 【0023】

蓋体7には、例えば、石英からなるウエハボート9が載置されている。ウエハボート9は、被処理体、例えば、半導体ウエハ10が垂直方向に所定の間隔をお

いて複数枚収容可能に構成されている。

#### 【0024】

反応管 2 の周囲には、反応管 2 を取り囲むように断熱体 11 が設けられている。断熱体 11 の内壁面には、例えば、抵抗発熱体からなる昇温用ヒータ 12 が設けられている。この昇温用ヒータ 12 により反応管 2 の内部が所定の温度に加熱され、この結果、半導体ウエハ 10 が所定の温度に加熱される。このように、熱処理装置 1 は、反応管 2 の内部を加熱することにより半導体ウエハ 10 を加熱する間接加熱型の加熱器を備えている。

#### 【0025】

マニホールド 5 の側面には、処理ガスを導入する第 1 の処理ガス導入管 13 と、第 2 の処理ガス導入管 14 とが挿通されている。処理ガス導入管 13, 14 は、内管 3 内を臨むように配設されている。例えば、図 1 に示すように、処理ガス導入管 13, 14 は、支持リング 6 より下方（内管 3 の下方）のマニホールド 5 の側面に挿通されている。

#### 【0026】

処理ガス導入管 13, 14 は、図示しないマスフローコントローラ等を介して、図示しないガス供給源に接続されている。例えば、半導体ウエハ 10 上に熱反射性を有する材料として、窒化チタンからなる薄膜を形成する場合には、第 1 の処理ガス導入管 13 がアンモニアガス供給源に接続され、第 2 の処理ガス導入管 14 が四塩化チタンガス供給源に接続されている。このため、第 1 の処理ガス導入管 13 からアンモニアガスが内管 3 内に導入され、第 2 の処理ガス導入管 14 から四塩化チタンガスが内管 3 内に導入される。

#### 【0027】

ここで、熱反射性を有する材料とは、熱処理装置 1 のように、反応管 2 内という所定の領域を加熱する間接加熱においては、例えば、材料の色により、その材料の熱反射性の有無が判断できることが確認できた。一般に、その材料の色が茶色のように濃い色であると熱反射性を有し、材料の色が白色や透明に近づくことにより熱反射性が低下する。

#### 【0028】

また、マニホールド5の側面には、酸化ガスを導入する酸化ガス導入管15が挿通されている。酸化ガスは、熱処理装置1の内部に付着した付着物、例えば、半導体ウエハ10上に窒化チタン膜を形成する場合には窒化チタンを酸化させることが可能なガスであればよい。このようなガスとしては、例えば、酸素、オゾンがある。本例では、酸化ガス導入管15は、図示しないマスフローコントローラ等を介して、図示しない酸素ガス供給源に接続されている。

#### 【0029】

酸化ガス導入管15は内管3内を臨むように配設されている。また、酸化ガス導入管15は、図示しないマスフローコントローラ等を介して、図示しないガス供給源に接続されている。このため、酸化ガス導入管15から酸化ガスが内管3内に導入される。

#### 【0030】

マニホールド5の側面には排気口16が設けられている。排気口16は支持リング6より上方に設けられており、反応管2内の内管3と外管4との間に形成された空間に連通する。そして、内管3で発生した排ガス等が内管3と外管4との間の空間を通過して排気口16に排気される。また、マニホールド5の側面の排気口16の下方には、パージガスとしての窒素ガスを供給するパージガス供給管17が挿通されている。

#### 【0031】

排気口16には排気管18が気密に接続されている。排気管18には、その上流側から、バルブ19と、真空ポンプ20とが介設されている。バルブ19は、排気管18の開度を調整して、反応管2内の圧力を所定の圧力に制御する。真空ポンプ20は、排気管18を介して反応管2内のガスを排気するとともに、反応管2内の圧力を調整する。

#### 【0032】

なお、排気管18には、図示しないトラップ、スクラバー等が介設されており、反応管2から排気された排ガスを、無害化した後、熱処理装置1外に排気するように構成されている。

#### 【0033】

また、ボートエレベータ 8、昇温用ヒータ 12、処理ガス導入管 13、14、酸化ガス導入管 15、パージガス供給管 17、バルブ 19、真空ポンプ 20 には、制御部 21 が接続されている。制御部 21 は、マイクロプロセッサ、プロセスコントローラ等から構成され、熱処理装置 1 の各部の温度、圧力等を測定し、測定データに基づいて、上記各部に制御信号等を出し、熱処理装置 1 の各部を図 2 に示すレシピ（タイムシーケンス）に従って制御する。

#### 【0034】

次に、以上のように構成された熱処理装置 1 の温度制御方法及び薄膜形成方法について説明する。本実施の形態では、半導体ウエハ 10 上に窒化チタン膜を形成する場合を例に、図 2 に示すレシピを参照して説明する。また、以下の説明において、熱処理装置 1 を構成する各部の動作は、制御部 21 によりコントロールされている。

#### 【0035】

本発明の薄膜形成方法は、半導体ウエハ 10 上に窒化チタン膜を成膜する成膜処理と、熱処理装置 1 の温度制御方法の改質工程である、付着した窒化チタンを酸化する酸化処理と、反応管 2 内のガスを排出するパージ処理とを備えている。

#### 【0036】

まず、成膜処理について説明する。

昇温用ヒータ 12 により、反応管 2 内を所定のロード温度、本例では図 2 (a) に示すように 300℃ に加熱し、ボートエレベータ 8 により蓋体 7 が下げられた状態で、半導体ウエハ 10 が収容されたウエハポート 9 を蓋体 7 上に載置する。次に、パージガス供給管 17 から反応管 2 内に所定量の窒素ガスを供給し、ボートエレベータ 8 により蓋体 7 を上昇させ、ウエハポート 9 を反応管 2 内にロードする。これにより、半導体ウエハ 10 を反応管 2 の内管 3 内に収容するとともに、反応管 2 を密閉する（ロード工程）。

#### 【0037】

反応管 2 を密閉した後、パージガス供給管 17 から反応管 2 内に所定量の窒素ガスを供給するとともに、バルブ 19 の開度を制御しつつ、真空ポンプ 20 を駆動させて反応管 2 内のガスを排出し、反応管 2 内の減圧を開始する。反応管 2 内

のガスの排出は、反応管 2 内の圧力を所定の圧力、例えば、26.6～2660 Pa (0.2～20 Torr)、本例では図 2 (b) に示すように 133 Pa (1 Torr) になるまで行う。また、昇温用ヒータ 12 により、反応管 2 内を所定の温度、例えば、300～600℃、本例では図 2 (a) に示すように 450℃に加熱する。そして、この減圧及び加熱操作を、反応管 2 が所定の圧力及び温度で安定するまで行う (安定化工程)。

#### 【0038】

反応管 2 内が所定の圧力及び温度で安定すると、パージガス供給管 17 からの窒素ガスの供給を停止する。そして、処理ガス導入管 13 から処理ガスとしてのアンモニアガスを所定量、例えば、1.5～3.5 リットル/min、本例では図 2 (d) に示すように 2 リットル/min を内管 3 内に導入するとともに、第 2 の処理ガス導入管 14 から処理ガスとしての四塩化チタンガスを所定量、例えば、0.25～0.35 リットル/min、本例では図 2 (e) に示すように 0.3 リットル/min を内管 3 内に導入する。

#### 【0039】

内管 3 内に導入されたアンモニア及び四塩化チタンは、反応管 2 内の熱により熱分解反応が起こり、半導体ウエハ 10 の表面に窒化チタンが堆積される。これにより、半導体ウエハ 10 の表面に窒化チタン膜が形成される (成膜工程)。

#### 【0040】

半導体ウエハ 10 の表面に所定厚の窒化チタン膜が形成されると、処理ガス導入管 13, 14 からアンモニアガス及び四塩化チタンガスの供給を停止する。そして、バルブ 19 の開度を制御しつつ、真空ポンプ 20 を駆動させて、反応管 2 内のガスを排出するとともに、パージガス供給管 17 から所定量の窒素ガスを供給して、反応管 2 内のガスを排気管 18 に排出する (パージ工程)。なお、反応管 2 内のガスを確実に排出するために、反応管 2 内のガスの排出及び窒素ガスの供給を複数回繰り返すことが好ましい。

#### 【0041】

最後に、パージガス供給管 17 から所定量の窒素ガスを供給して、反応管 2 内を常圧に戻した後、ポートエレベータ 8 により蓋体 7 を下降させ、ウエハポート

9 (半導体ウエハ10) を反応管2からアンロードする (アンロード工程)。

#### 【0042】

ところで、以上のような成膜処理により、熱処理装置1の内部には窒化チタンが付着する。熱処理装置1の内部に窒化チタンが付着した状態で再び成膜処理を行うと、昇温用ヒータ12と半導体ウエハ10に付着した窒化チタンの熱反射性により、熱処理装置1内の温度にバラツキが生じ、熱処理装置1内を均一な温度に制御することが困難になるおそれがある。このため、熱処理装置1内を均一な温度に制御できるように改質工程としての酸化処理を行う。

#### 【0043】

まず、パージガス供給管17から反応管2内に所定量の窒素ガスを供給し、ポートエレベータ8により蓋体7を上昇させ、半導体ウエハ10が収容されていないウエハポート9を反応管2内にロードし、反応管2を密閉する。次に、パージガス供給管17から反応管2内に所定量の窒素ガスを供給するとともに、昇温用ヒータ12により、反応管2内を所定の温度、例えば、800～1000℃、本例では図2(a)に示すように850℃に加熱する。そして、この減圧及び加熱操作を、反応管2が所定の圧力及び温度で安定するまで行う (安定化工程)。

#### 【0044】

続いて、パージガス供給管17から反応管2内に窒素ガスを所定量、本例では図2(c)に示すように0.1リットル/minを内管3内に導入するとともに、酸化ガス導入管15から反応管2内に酸素ガスを所定量、本例では図2(f)に示すように10リットル/minを内管3内に導入する。

#### 【0045】

内管3内に導入された酸素は、反応管2内の熱により活性化され、熱処理装置1の内部に付着した窒化チタンと反応して酸化チタンを生成する。このように、熱処理装置1の内部に付着した窒化チタンは酸化される。

#### 【0046】

ここで、窒化チタンは金褐色 (または紫色と茶色との中間色) であり熱反射性を有するが、酸化チタンは白色であり熱反射性を有しない。これは、熱処理装置1のように、反応管2内という所定の領域を加熱する間接加熱においては、材料

の色が茶色のように濃い色であると熱反射性を有し、材料の色が白色や透明であると熱反射性を有しなくなるためである。このように、熱処理装置 1 の内部に付着した付着物（窒化チタン）を酸化することにより、熱反射性を有しない材料（酸化チタン）に変化させることができる。従って、熱処理装置 1 の内部に酸化チタンが付着した状態で再び成膜処理を行っても、熱処理装置 1 内を均一な温度に制御することができる。

#### 【0047】

熱処理装置 1 の内部に付着した窒化チタンが酸化されると、パージ処理を行う。具体的には、酸化ガス導入管 15 から酸素ガスの供給を停止し、バルブ 19 の開度を制御しつつ、真空ポンプ 20 を駆動させて、反応管 2 内のガスを排出するとともに、パージガス供給管 17 から所定量、本例では図 2 (c) に示すように 5 リットル/min の窒素ガスを供給して、反応管 2 内のガスを排気管 18 に排出する。

#### 【0048】

このような成膜処理、酸化処理、及びパージ処理からなる薄膜形成方法を繰り返すことにより、連続して半導体ウエハ 10 に窒化チタン膜を形成することができる。このため、生産性を低下させることなく、成膜再現性の低下を防止することができる。

#### 【0049】

なお、薄膜形成方法では、熱処理装置 1 の内部に酸化チタンが付着するので、パーティクルが発生しない程度の回数だけ、成膜処理、酸化処理、及びパージ処理を繰り返した後、クリーニング処理を行うことが好ましい。クリーニング処理は、例えば、昇温用ヒータ 12 により熱処理装置 1 内を所定の温度に加熱し、加熱した熱処理装置 1 内にクリーニングガスを供給して、熱処理装置 1 内に付着した酸化チタンを除去（エッチング）する。

#### 【0050】

次に、本実施の形態の効果を確認するため、熱処理装置 1 を用いて半導体ウエハ 10 に窒化チタン膜を形成し、熱処理装置 1 の内部に付着物が付着した状態で反応管 2 内を 500℃ に加熱した場合の反応管 2 内の各位置の温度を測定した。



図3に反応管2内の各位置における温度を示す。なお、図3中、Bは反応管2の底部、Cは反応管2の中央、Tは反応管2の上部を示している。また、本発明の薄膜形成方法により半導体ウエハ10に窒化チタン膜を形成した場合、すなわち、熱処理装置1の内部に酸化チタンが付着した場合を○で示し、酸化処理及びパージ処理を行わない従来の方法で半導体ウエハ10に窒化チタン膜を形成した場合、すなわち、熱処理装置1の内部に窒化チタンが付着した場合を□で示す。

#### 【0051】

図3に示すように、本発明の温度制御方法（酸化処理）を含む薄膜形成方法の場合には、酸化処理を行わない従来の薄膜形成方法の場合に比べて、反応管2内の温度がほぼ均一な温度に制御できる。このため、本発明の温度制御方法（酸化処理）を行うことにより、熱処理装置1内を均一な温度に制御できた。なお、従来の薄膜形成方法で反応管2の上部（T）の温度のズレが大きいのは、反応管2の上部に窒化チタンが付着しやすく、本測定においても反応管2の上部に多くの窒化チタンが付着していたためである。

#### 【0052】

また、熱処理装置1の内部に付着物が付着した状態で反応管2内を500℃に加熱した際の加熱時間と反応管2内の温度との関係を図4に示す。図4に示すように、本発明の薄膜形成方法の場合には、酸化処理を行わない従来の薄膜形成方法の場合に比べて、短い時間で反応管2内の温度がほぼ均一な温度に制御できる。例えば、熱処理装置1内の温度が500℃±1℃の範囲内となることにより、熱処理装置1内が均一な温度に制御できたとすれば、従来の薄膜形成方法の場合には約160分で熱処理装置1内が均一な温度に制御できるのに対して、本発明の薄膜形成方法の場合には約100分で熱処理装置1内が均一な温度に制御できる。このため、本発明の温度制御方法（酸化処理）を行うことにより、短い時間で熱処理装置1内が均一な温度に制御できることが確認できた。

#### 【0053】

次に、半導体ウエハ10上に6nmの窒化チタン膜を形成した場合について、その膜厚及び均一性について測定した。図5に窒化チタン膜の膜厚を示し、図6に窒化チタン膜の均一性を示す。なお、本例では、反応管2の底部（B）、反応

管 2 の中央 (C)、反応管 2 の上部 (T) の 3 箇所 で形成された窒化チタン膜について、その膜厚及び均一性を測定した。

#### 【0054】

図 5 に示すように、本発明の薄膜形成方法では、反応管 2 の位置に拘わらず、ほぼ均一な膜厚の窒化チタン膜を形成することができる。これは、熱処理装置 1 内が反応管 2 の位置に拘わらず、均一な温度に制御されているためである。一方、従来の薄膜形成方法では、反応管 2 の上部 (T) で形成された窒化チタン膜の膜厚が 6 nm より厚くなっている。これは、反応管 2 の上部に多くの窒化チタンが付着し、特に反応管 2 の上部の温度が不安定になったためである。このように、本発明の薄膜形成方法で形成された窒化チタン膜は、反応管 2 の位置に拘わらず、ほぼ均一な膜厚であることが確認できた。

#### 【0055】

また、図 6 に示すように、本発明の薄膜形成方法では、反応管 2 の位置に拘わらず、ほぼ同じ均一性を有する窒化チタン膜を形成することができる。これは、熱処理装置 1 内が反応管 2 の位置に拘わらず、均一な温度に制御されているためである。一方、従来の薄膜形成方法では、反応管 2 の位置により形成された窒化チタン膜の均一性が異なる。これは、反応管 2 の温度にバラツキが生じたためと考えられる。このように、本発明の薄膜形成方法で形成された窒化チタン膜は、ほぼ同じ均一性を有する窒化チタン膜が形成されることが確認できた。

#### 【0056】

以上説明したように、本実施の形態によれば、熱処理装置 1 の内部に付着した窒化チタンを酸化させる酸化処理を行っているので、熱処理装置 1 内を均一な温度に制御することができる。

#### 【0057】

また、本実施の形態によれば、熱処理装置 1 の内部に付着した窒化チタンを酸化させる酸化処理を行っているので、短時間で、熱処理装置 1 内を均一な温度に制御することができる。

#### 【0058】

さらに、本実施の形態によれば、反応管 2 の位置に拘わらず、半導体ウエハ 1

0 上にほぼ均一な膜厚の窒化チタン膜を形成することができる。

#### 【0059】

なお、本発明は、上記の実施の形態に限られず、種々の変形、応用が可能である。以下、本発明に適用可能な他の実施の形態について説明する。

#### 【0060】

本実施の形態では、熱処理装置 1 の内部に付着した窒化チタンを酸化させ、酸化チタンとする場合を例に本発明を説明したが、熱処理装置 1 の内部に付着する付着物は、熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質可能な材料であればよい。

#### 【0061】

本実施の形態では、反応管 2 内という所定の領域を加熱する間接加熱について、付着物の色を白色または透明に変色させることにより、熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質された場合を例に本発明を説明したが、本発明は、熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質できればよく、付着物の色を白色または透明に変色させる場合に限定されるものではない。また、熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質する方法は酸化処理に限定されるものではなく、各種の処理を適用することが可能である。このような付着物は、反応生成物に限定されるものではなく、反応副生成物であってもよい。

#### 【0062】

上記実施の形態では、成膜処理を実行した後、酸化工程を実行した場合を例に本発明を説明したが、例えば、成膜処理を実行する回数としては、成膜処理によって装置内部に付着した窒化チタンにより、反応管 2 内の温度が不安定にならない範囲内であれば、成膜処理を所定回数実行した後、酸化工程を実行してもよい。

#### 【0063】

上記実施の形態では、パージガス供給管 17 から窒素ガスを反応管 2 内に供給する場合を例に本発明を説明したが、例えば、処理ガス導入管 13, 14 から窒素ガスを供給してもよい。この場合、多くの場所から窒素ガスを反応管 2 内に

供給でき、窒素ガスによる反応管 2 内のガスの排出を効率的に行うことができる。

#### 【0064】

本実施の形態では、バッチ式熱処理装置について、反応管 2 が内管 3 と外管 4 とから構成された二重管構造のバッチ式縦型熱処理装置の場合を例に本発明を説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、例えば、内管 3 を有しない単管構造のバッチ式熱処理装置に適用することも可能である。また、被処理体は半導体ウェハ 10 に限定されるものではなく、例えば、LCD 用のガラス基板等にも適用することができる。

#### 【0065】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、装置内部に付着物が付着しても装置内を均一な温度に制御することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

本発明の実施の形態の薄膜形成方法で用いられる熱処理装置を示す図である。

##### 【図 2】

本発明の実施の形態の薄膜形成方法を説明するためのレシピを示した図である。

##### 【図 3】

反応管内の位置と温度との関係を示したグラフである。

##### 【図 4】

加熱時間と温度との関係を示したグラフである。

##### 【図 5】

形成された薄膜の位置と膜厚との関係を示したグラフである。

##### 【図 6】

形成された薄膜の位置と均一性との関係を示したグラフである。

##### 【図 7】

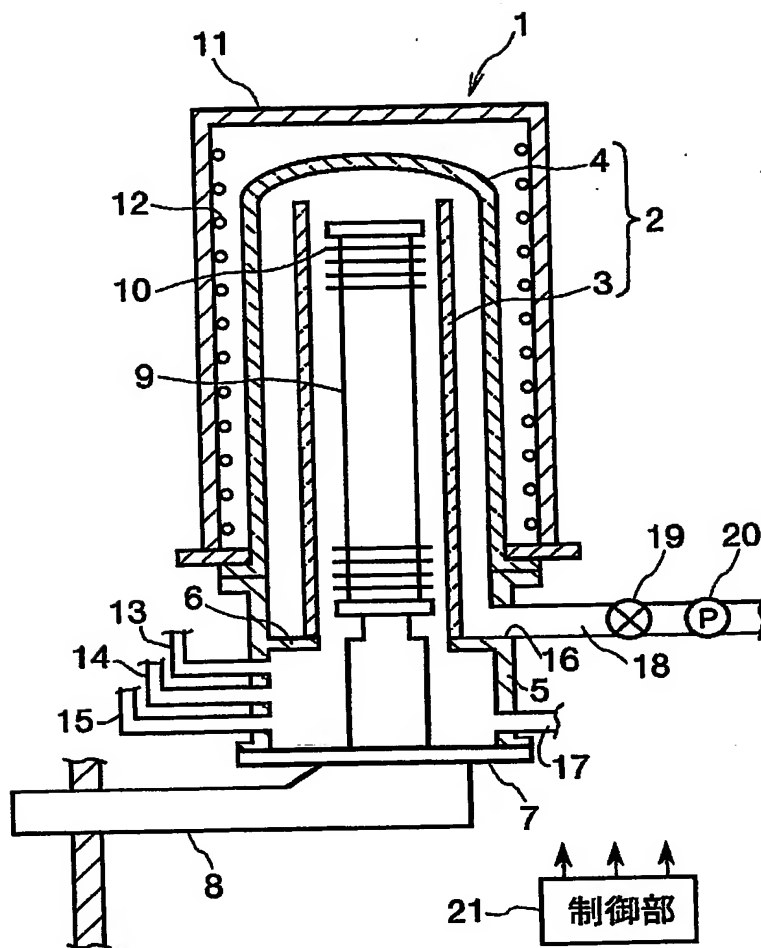
反応生成物が付着することを説明するための熱処理装置を示す図である。

## 【符号の説明】

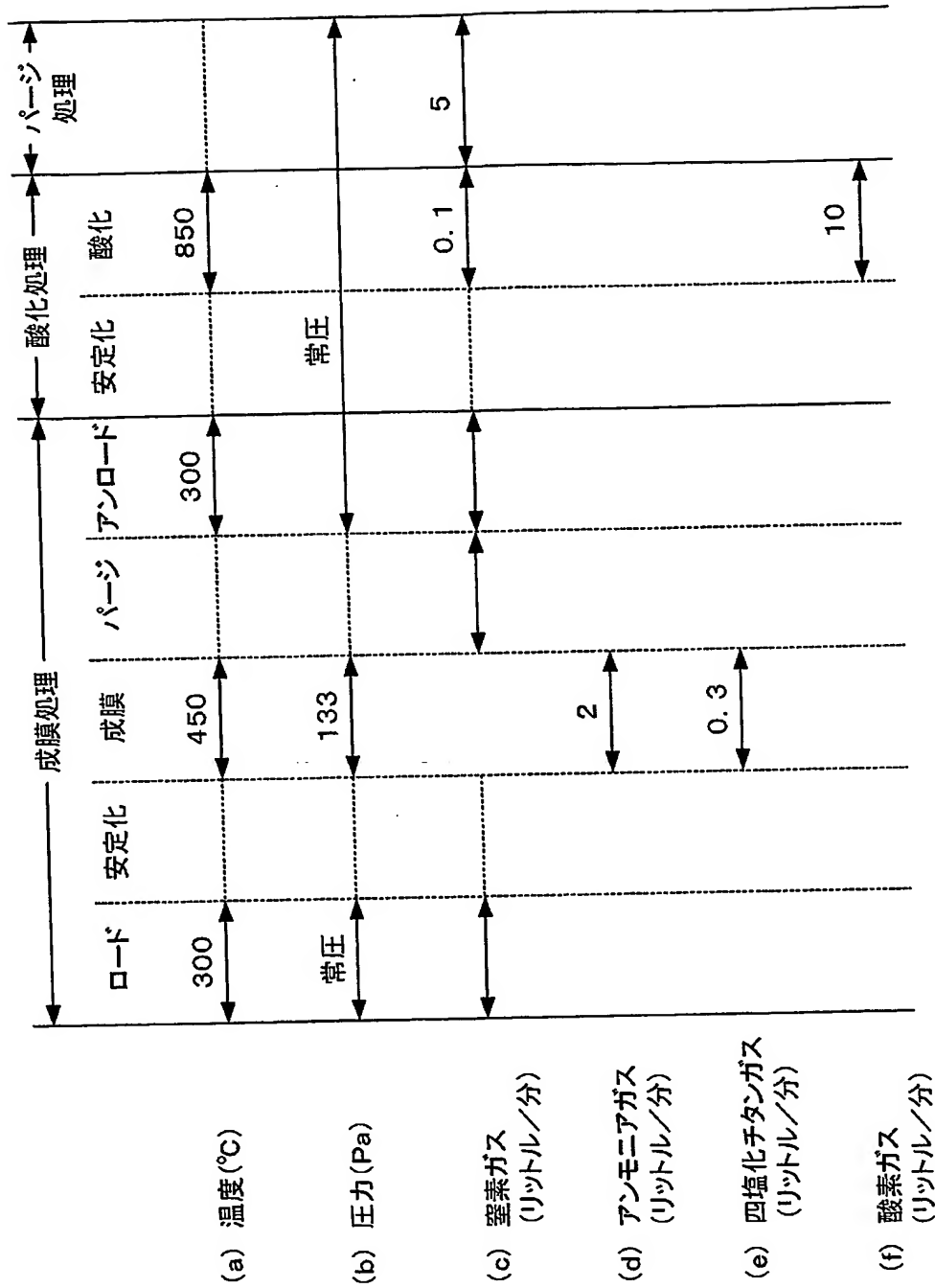
- 1 熱処理装置
- 2 反応管
- 3 内管
- 4 外管
- 5 マニホールド
- 6 支持リング
- 7 蓋体
- 8 ボートエレベータ
- 9 ウエハボート
- 10 半導体ウエハ
- 11 断熱体
- 12 昇温用ヒータ
- 13 第1の処理ガス導入管
- 14 第2の処理ガス導入管
- 15 酸化ガス導入管
- 16 排気口
- 17 パージガス供給管
- 18 排気管
- 19 バルブ
- 20 真空ポンプ
- 21 制御部

【書類名】 図面

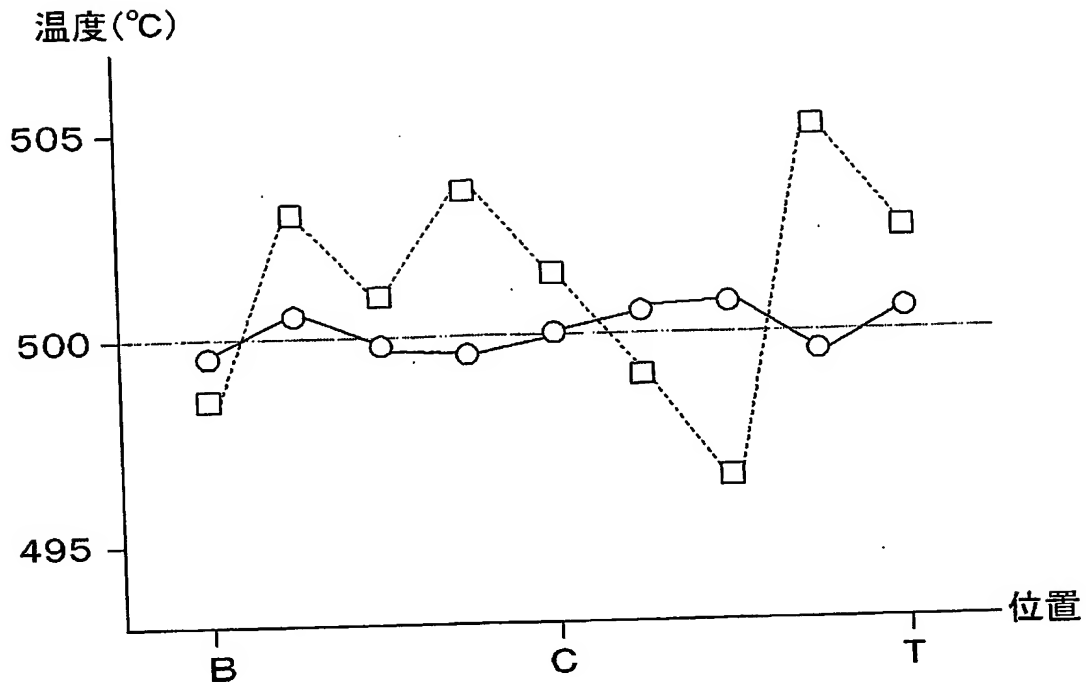
【図 1】



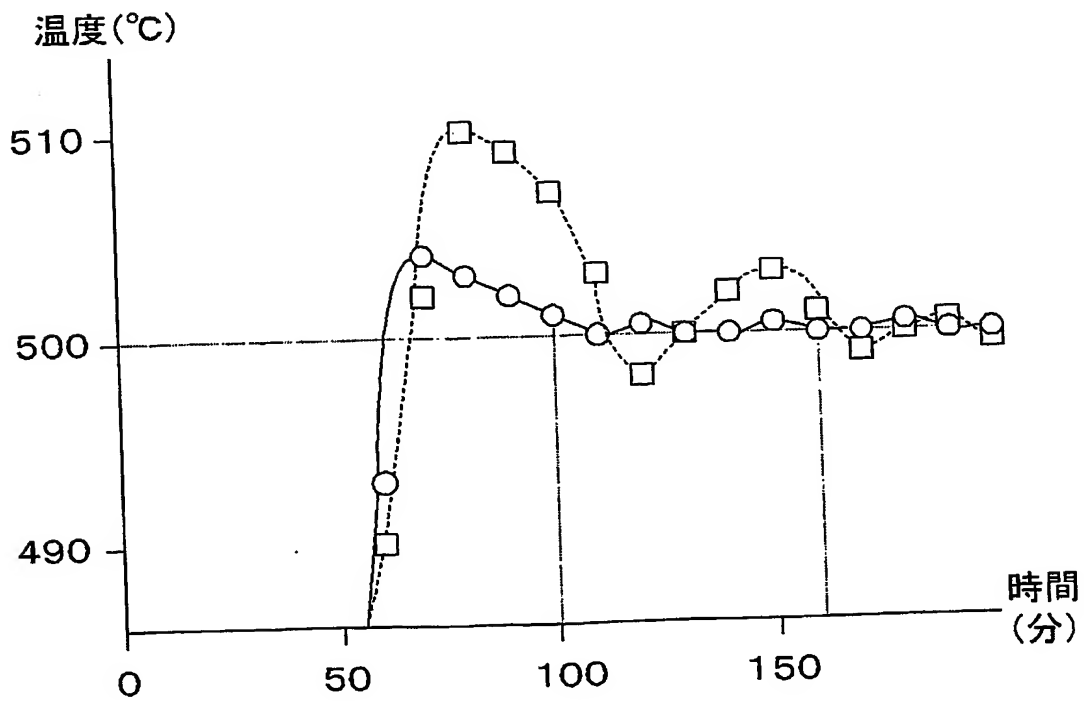
【図2】



【図3】

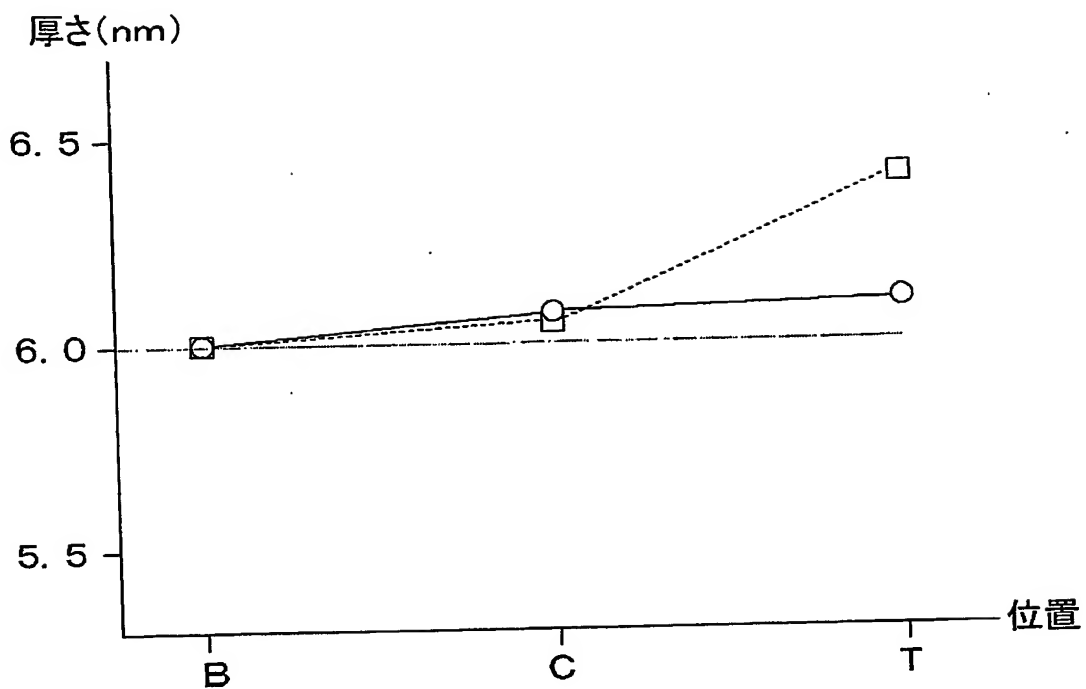


【図4】

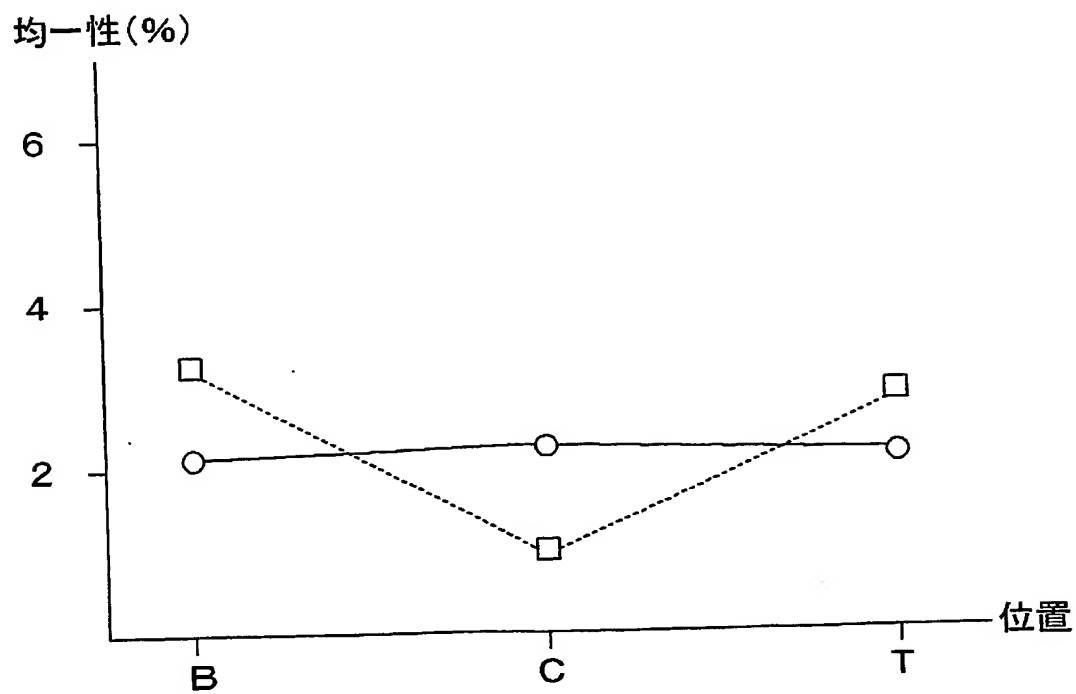




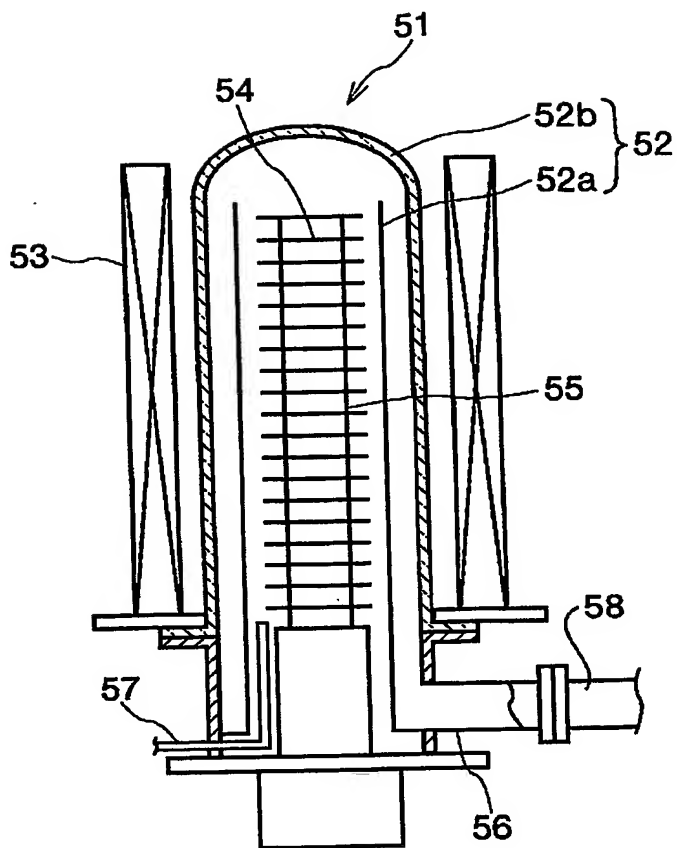
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 装置内部に付着物が付着しても装置内を均一な温度に制御することができる薄膜形成装置の温度制御方法を提供する。

【解決手段】 処理ガス導入管 13, 14 からアンモニアと四塩化チタンとを反応管 2 内に供給して半導体ウエハ 10 上に窒化チタン膜を形成する。次に、反応管 2 内を所定の温度に加熱し、酸化ガス導入管 15 から酸素ガスを供給して、装置内部に付着した窒化チタンを酸化させる。この酸化により付着物の色が白色に変色し、熱反射性を有する材料から熱反射性を有しない材料に改質される。

【選択図】 図 1

特願 2003-031504

出願人履歴情報

識別番号

[000219967]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

1994年 9月 5日

住所変更

東京都港区赤坂5丁目3番6号

東京エレクトロン株式会社

2. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

2003年 4月 2日

住所変更

東京都港区赤坂五丁目3番6号

東京エレクトロン株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**